

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2001年7月5日 (05.07.2001)

PCT

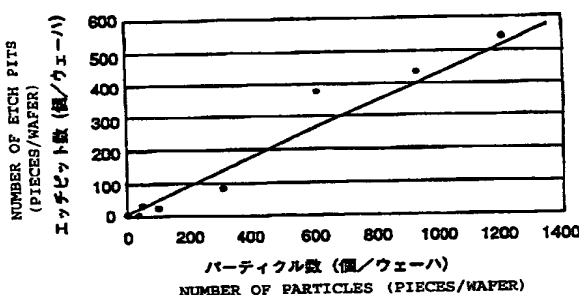
(10) 国際公開番号  
WO 01/48810 A1

- (51) 国際特許分類: H01L 21/66, G01N 21/956, 1/26, C30B 33/00 [JP/JP]; 〒100-0005 東京都千代田区丸の内一丁目4番2号 Tokyo (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP00/09135 (72) 発明者; および (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 八木真一郎 (YAGI, Shinichiro) [JP/JP]; 〒379-0196 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内 Gunma (JP).
- (22) 国際出願日: 2000年12月22日 (22.12.2000)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語 (74) 代理人: 高橋昌久 (TAKAHASHI, Masahisa); 〒106-0032 東京都港区六本木3丁目16番13号 アンバサダー六本木1003号 Tokyo (JP).
- (30) 優先権データ:  
特願平 11/365947  
1999年12月24日 (24.12.1999) JP (81) 指定国 (国内): JP, KR, SG, US.
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.) (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

[続葉]

(54) Title: INSPECTING DEVICE FOR CRYSTAL DEFECT OF SILICON WAFER AND METHOD FOR DETECTING CRYSTAL DEFECT OF THE SAME

(54) 発明の名称: シリコンウェーハの結晶欠陥検査体及びその結晶欠陥検出方法



(57) Abstract: A crystal defect inspecting device and crystal defect detecting method for counting the crystal defects on a silicon wafer and determining the positions of the defects. The method is characterized in that a silicon wafer is heat-treated under a temperature condition in which the natural oxide film is removed and the surface state of the silicon wafer is maintained, specifically in a normal-pressure hydrogen atmosphere at a temperature from 900° to 1080° and an epitaxial layer is grown under the same condition so as to exhibit a crystal defect of projection and recess on the epitaxial layer, and the crystal defect is detected by means of a light scattering particle inspecting device.

(57) 要約:

シリコンウェーハの表面に形成された結晶欠陥の発生個数と発生位置を容易に検出することができる結晶欠陥検査体とその結晶欠陥検出方法の提供するために、本発明は自然酸化膜は除去するがシリコンウェーハの表面状態は保持する温度条件、具体的には常圧の水素雰囲気中で900℃以上1080℃以下の温度で熱処理とエピタキシャル層の成長を行うことにより、該エピタキシャル層の表面に凹凸を有する結晶欠陥を発現させ、該凹凸を有する結晶欠陥を光散乱式パーティクル検査装置で検出することを特徴とする。

WO 01/48810 A1

WO 01/48810 A1



添付公開書類:  
— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される  
各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語  
のガイダンスノート」を参照。

## 明 細 書

## シリコンウェーハの結晶欠陥検査体及びその結晶欠陥検出方法

## 技術分野

本発明は、シリコンウェーハの結晶欠陥検査体及びその結晶欠陥検出方法に係り、特に、エピタキシャル層を形成することにより、シリコンウェーハの表面に形成されている結晶欠陥を凹凸状に発現させて有効に検出するための結晶欠陥検査体とその結晶欠陥検出方法に関する。

## 背景技術

シリコンウェーハは、チョクラルスキー法（CZ法）若しくは浮遊帯域熔融法（FZ法）により成長した単結晶を薄片にスライスし、さらに表面を鏡面状に研磨して得られるシリコン単結晶基板（以下、「鏡面ウェーハ」と呼ぶことがある。）、又は、該鏡面ウェーハ上にシリコン単結晶薄膜を気相成長して形成されるシリコンエピタキシャルウェーハの総称である。

シリコンウェーハ中には、点欠陥、線欠陥、面欠陥など様々な結晶欠陥が形成されるが、これらのうちシリコンウェーハの表面に現れた結晶欠陥（以下、「表面欠陥」と呼ぶことがある。）は、シリコンウェーハの表面近傍に形成される半導体デバイスの電気的特性に大きな影響を及ぼすので、その発生状況を十分に管理する必要がある。

表面欠陥は、通常凹凸が殆どないので、選択エッチングにより凹凸を付けて検査される。選択エッチング用の液としては、ジルトル（Sirtl）液、セコ（Secco）液、ライト（Wright）液がよく知られているが（例えばセコ液とは、50%弗酸（HF）28.86molと重クロム酸カリウム（ $K_2Cr_2O_7$ ）0.15molの2:1混合水溶液）、いずれも酸化剤によってシリコンを酸化し、弗酸で酸化膜を溶解するタイプのエッチング液であり、結晶欠陥部分や歪が存在する領域では酸化剤による酸化速度が完全結晶と異なることを利用して凹凸を付し、結晶欠陥を顕在化させる。

そして選択エッチングにより顕在化した表面欠陥は、ノルマルスキー型の微分干渉顕微鏡を用いて、その発生密度が観察される。ノルマルスキー型の微分干渉顕微鏡では、高低差が3.5 nm以上の凹凸や起伏が立体的に観察でき、面の傾きが干渉色の差となって観察できる。

表面欠陥の密度計測の際には、倍率100倍～400倍にて面内5点～9点もしくはシリコンウェーハの直径方向に走査し、検出された表面欠陥数と測定領域面積とからシリコンウェーハ1枚当りの表面欠陥の発生個数を算出する。

例えば、直径200 mmのシリコンウェーハを倍率100倍の微分干渉顕微鏡を用いて直径方向に十字に走査する場合、顕微鏡視野が直径1.7 mmであるとすると、測定領域面積は、

$$1.7 \text{ mm} \times 200 \text{ mm} \times 2 = 680 \text{ mm}^2 \text{である。}$$

この十字走査の結果、表面欠陥が1ヶ観察されたとすると、シリコンウェーハ1枚当りの表面欠陥の発生個数は、 $1 \text{ ヶ} \times (\pi \times 100^2 \text{ mm}^2) \div 680 \text{ mm}^2 = \text{約} 46 \text{ ヶ}$ となる。

しかし、上記したシリコンウェーハ1枚当り約46ヶという表面欠陥の個数は、表面欠陥がシリコンウェーハの表面に均一に発現しているときにのみ成り立つ値である。例えば、表面欠陥がシリコンウェーハの一領域にのみ局在化して発現している場合には、上記個数は実際の状態から著しくかけ離れた値になる。また、表面欠陥の発生密度が小さい場合、例えば直径200 mmのシリコンウェーハ1枚当りに発生している表面欠陥の個数が46ヶ未満の場合には、表面欠陥が顕微鏡の走査領域に存在していない確率が高いので、実質的に検出できなくなる。

さらに、抵抗率が $0.02 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下のシリコンウェーハにおいて、前記した選択エッチング用の液では結晶欠陥が顕在化されにくい。

一方、シリコンウェーハの表面全体を簡単に検査することができる方法として、集光を利用した目視検査がある。

この目視検査において、選択エッチングを施したシリコンウェーハの表面に集光を当てると、表面欠陥は散乱光を発生するので、該散乱光を暗室内で目視することにより、その発生パターンを観察することができる。しかし、目視検査では機械的に表面分布を得る等のマッピングすることができないので、表面欠陥の発

生個数と発生位置を正確に把握することができない。

また、選択エッチングを施したシリコンウェーハの表面に顕在化した表面欠陥を光散乱式パーティクル検査装置で検出しようとする、選択エッチングにより発生するエッチング斑を表面欠陥と同様にパーティクルとして検出してしまうので、表面欠陥をエッチング斑から判別できない。

#### 発明の開示

本発明は、上記課題を解決するためになされたものであり、シリコンウェーハの表面に形成された結晶欠陥の発生個数と発生位置を容易に検出することができるウェーハ検査体とその検査方法を提供することを目的としている。

通常、エピタキシャル成長の前には、シリコンウェーハの表面に形成された自然酸化膜のエッチングと、シリコンウェーハの表面に発生した結晶欠陥の除去を目的としたシリコン表面のエッチングとを施すための熱処理が、常圧の水素雰囲気中1100℃～1200℃の温度範囲で行われている。この温度範囲であれば、自然酸化膜のエッチングとシリコン表面のエッチングは瞬時に終了する。

そして、清浄になったシリコンウェーハの表面にシリコン単結晶薄膜を気相成長すると、表面欠陥の発生が大幅に抑制されたエピタキシャル層が形成される。

ところで、水素による自然酸化膜のエッチングは、常圧の水素雰囲気中900℃以上の温度で行うことができるが、一方、水素によるシリコン表面のエッチング速度は、熱処理温度が1100℃よりも低い場合には急激に小さくなり、1080℃以下ではほとんどエッチングされなくなる。

そこで、シリコンウェーハを常圧の水素雰囲気中900℃以上1080℃以下の温度で熱処理すると、自然酸化膜は完全に除去されるがシリコンウェーハの表面はほとんどエッチングされず、表面状態は保持されたままとなり、表面欠陥も除去されずに保存される。

さらにこの熱処理後に、シリコンウェーハの表面に900℃以上1080℃以下の温度でシリコン単結晶薄膜を常圧下気相成長すると、表面欠陥は気相成長中も保存され、また、エピタキシャル層に結晶欠陥として転写されるので、シリコンウェーハ上の表面欠陥は、凹凸を有する結晶欠陥としてエピタキシャル層の表

面に顕在化する。

そして、エピタキシャル層の表面に発現した結晶欠陥は凹凸を有するために、光散乱式パーティクル検査装置で測定すると、パーティクルと同様に結晶欠陥が検出されることになる。

本発明は、かかる知見に基づいてなされたもので、本発明のシリコンウェーハの結晶欠陥検査体は、表面欠陥を除去することなく自然酸化膜を除去した鏡面ウェーハの表面にエピタキシャル成長を行い、該エピタキシャル層の表面に凹凸を有する結晶欠陥を発現させたことを特徴とする。

また、かかる結晶欠陥検査体は、鏡面ウェーハの表面欠陥を除去することなく自然酸化膜を除去する熱処理工程を施した鏡面ウェーハの表面にエピタキシャル層の成長を行い、該エピタキシャル層の表面に凹凸を有する結晶欠陥を発現させるエピタキシャル成長工程とにより製造されることを特徴とする。

そしてより具体的には、前記熱処理工程と前記エピタキシャル成長工程は、常圧の水素雰囲気中で900℃以上1080℃以下の温度条件で行われることが好ましい。

また、本発明の結晶欠陥検出方法は、前記検査体を用いてシリコンウェーハの表面に形成された結晶欠陥の発生個数と発生位置を容易に検出することができる検査方法に関するもので、自然酸化膜は除去するがシリコンウェーハの表面状態は保持する温度条件で熱処理を施したウェーハの表面にエピタキシャル層の成長を行うことにより、該エピタキシャル層の表面に凹凸を有する結晶欠陥を発現させ、該凹凸を有する結晶欠陥を光散乱式パーティクル検査装置で検出することを特徴とする。さらに好ましくは、前記熱処理ならびに前記エピタキシャル層の成長を、常圧の水素雰囲気中で900℃以上1080℃以下の温度で行うことを特徴とする。

#### 図面の簡単な説明

第1図はエピタキシャル層表面のエッチピット数とパーティクル数に対応する結晶欠陥数との相関を示すグラフ図である。

第2図はシリコンウェーハの表面に形成された結晶欠陥の発生個数と発生位置

を示すマップ図である。 図中 1 は結晶欠陥検査体、2 は結晶欠陥である。

#### 発明を実施するための最良の形態

以下、本発明に係るシリコンウェーハの結晶欠陥検出方法について、図に示した実験結果例等を用いて詳細に説明する。但し、この実施例に記載される材料、数値、環境条件などは特に特定の記載がない限り、この発明の範囲をそのみに限定する趣旨ではなく単なる説明例に過ぎない。

##### 〔実施例 1〕

まず、単結晶の引上条件や引上炉の炉内構造を変更して結晶欠陥密度を異ならせた、直径 200 mm、抵抗率  $0.01 \Omega \cdot \text{cm} \sim 0.02 \Omega \cdot \text{cm}$ 、p 型のシリコン単結晶棒を予め 9 本用意した。次に、該シリコン単結晶棒を薄片にスライスし、さらに表面を鏡面状に研磨して、面方位が (100) の鏡面ウェーハとする。該鏡面ウェーハは、各シリコン単結晶棒毎に、選択エッチング用と気相成長用の 2 組みに分けた。

そして選択エッチング用の鏡面ウェーハは、前記セコ液を用いてエッチングされ、選択エッチングによりエッチピットとして顕在化した表面欠陥の発生状況が、ノルマルスキー型の微分干渉顕微鏡を用いて観察された。

顕微鏡観察は、選択エッチングされた鏡面ウェーハの主表面を倍率 100 倍にて直径方向に十字に走査し、観察されたエッチピット数と測定領域面積とからシリコンウェーハ 1 枚当りのエッチピット数を算出して行われた。

一方、気相成長用の鏡面ウェーハは、水素雰囲気中に保持された気相成長炉内に載置され、常圧下  $1050^\circ\text{C}$  で 3 分間の熱処理が施された後に、その温度状態 ( $1050^\circ\text{C}$ ) を保持したまま、原料ガスとしてトリクロロシラン ( $\text{SiHCl}_3$ ) を供給し、厚さ  $4 \mu\text{m}$ 、抵抗率  $5 \Omega \cdot \text{cm}$  のエピタキシャル層を常圧で気相成長させ、結晶欠陥検査体とした。

前記気相成長用の鏡面ウェーハにエピタキシャル層が形成された結晶欠陥検査体を、光散乱式パーティクル検査装置で測定してみると、積層欠陥 (SF) や転位欠陥など凹凸を有する結晶欠陥が前記結晶欠陥検査体の表面に顕在化し、パーティクルとして検出された。

本実施例においては、ウェーハ外縁より 5 mm 周辺部位を測定から除外した上で、ウェーハ全面に亘って直径 0.1  $\mu\text{m}$  以上のパーティクルを検出した。

第 1 図に、本実施例において光散乱式パーティクル検査装置で測定された、エピタキシャル層表面のパーティクル数とエッチピット数との関係を示す。

第 1 図から明らかなように、エピタキシャル層表面のパーティクル数とエッチピット数との間には、良い相関がある。

第 2 図に、前記検査手順に基づいて作成した結晶欠陥検査体 1 の表面に顕在化した結晶欠陥 2 を、光散乱式パーティクル検査装置で測定した一例を示す。

第 2 図から明らかなように、上記条件で成長させたエピタキシャル層の表面に発現する結晶欠陥 2 は、光散乱式パーティクル検査装置で検出することにより、従来のパーティクルの検出と同様に、ウェーハ表面 1 全面に亘ってマップ状に出力できるために、鏡面ウェーハの表面に形成された結晶欠陥の発生個数と発生位置を容易に知ることができる。

尚、本実施例においては、鏡面ウェーハの鏡面に形成された結晶欠陥の発生個数と発生位置について、光錯乱式パーティクル検査装置で検出可能であることを示したが、検出された情報に基づいて結晶欠陥の部分を、収束イオンビーム (FIB: Focused Ion Beam) 装置を用いて薄層化することにより透過型電子顕微鏡により欠陥種を同定することも可能になる。

また、本発明は結晶成長起因の結晶欠陥のみならず、鏡面研磨工程やその後の鏡面ウェーハ製造工程で発生するいわゆる加工起因の欠陥が存在するウェーハにも適用可能である。その応用として、本発明の結晶欠陥検査体を用いて光散乱式パーティクル検査装置で結晶欠陥の検出を行い、同一の結晶欠陥検査体を鏡面研磨加工あるいはフッ酸、硝酸の混酸等による非選択的なエッチングによってエピタキシャル層を除去して表面を鏡面化し、再度本発明の方法によりエピタキシャル層を成長した後に光散乱式パーティクル検査装置で結晶欠陥を検出することにより、加工起因の欠陥と結晶成長起因の欠陥との分離が可能となる。

さらに測定対象は鏡面ウェーハに限られず、例えばシリコンエピタキシャルウェーハの表面をさらに鏡面状に研磨した際に形成される凹凸の殆どない表面欠陥など、エピタキシャル成長を行うことにより凹凸を付けることの出来るものであ



れば、鏡面ウェーハ以外のシリコンウェーハについても同様に適用することができる。

#### 産業上の利用可能性

以上記載した如く、本発明による検査体と検出方法を用いることにより、シリコンウェーハの表面に形成された表面欠陥の発生個数と発生位置を検出することができる。等の種々の著効を有す。

## 請 求 の 範 囲

1. 表面欠陥を除去することなく自然酸化膜を除去した鏡面ウェーハの表面にエピタキシャル成長を行い、該エピタキシャル層の表面に凹凸を有する結晶欠陥を発現させたことを特徴とするシリコンウェーハの結晶欠陥検査体。
2. 鏡面ウェーハの表面欠陥を除去することなく自然酸化膜を除去する熱処理工程を施した鏡面ウェーハの表面にエピタキシャル層の成長を行い、該エピタキシャル層の表面に凹凸を有する結晶欠陥を発現させるエピタキシャル成長工程とにより作成されたことを特徴とするシリコンウェーハの結晶欠陥検査体。
3. 前記熱処理工程と前記エピタキシャル成長工程が、常圧の水素雰囲気中で900℃以上1080℃以下の温度で行われる工程であることを特徴とする請求の範囲第2項記載のシリコンウェーハの結晶欠陥検査体。
4. 自然酸化膜は除去するがシリコンウェーハの表面状態は保持する温度条件で熱処理を施した鏡面ウェーハの表面にエピタキシャル層の成長を行うことにより、エピタキシャル層の表面に凹凸を有する結晶欠陥を発現させ、該凹凸を有する結晶欠陥を光散乱式パーティクル検査装置で検出することを特徴とするシリコンウェーハの結晶欠陥検出方法。
5. 前記熱処理ならびに前記エピタキシャル層の成長を、常圧の水素雰囲気中で900℃以上1080℃以下の温度で行うことを特徴とする請求の範囲第4項記載のシリコンウェーハの結晶欠陥検出方法。

1 / 1

Fig. 1

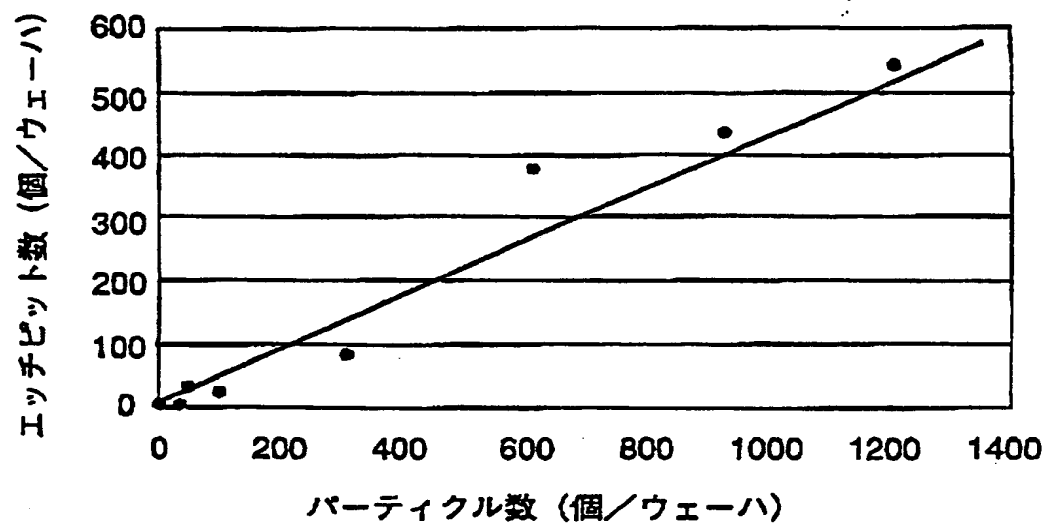
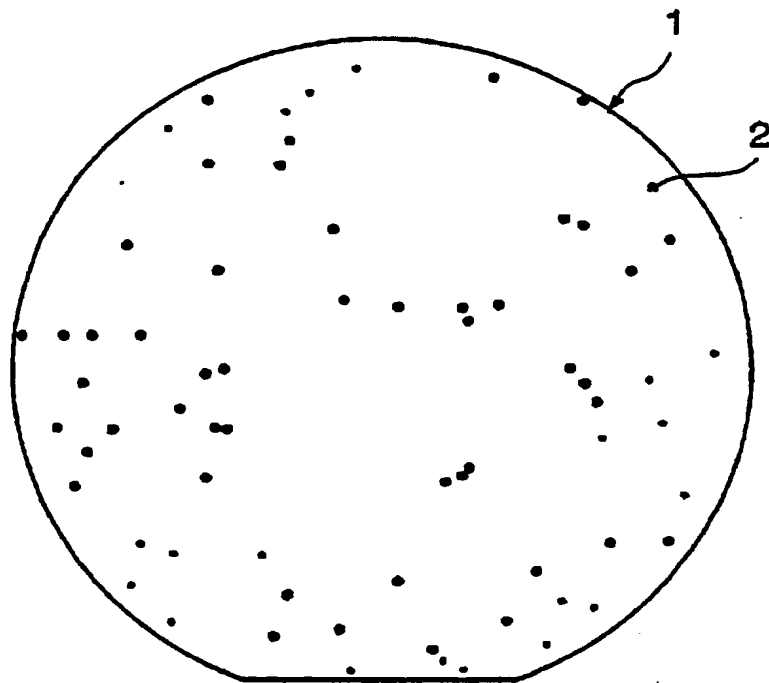


Fig. 2





1

2

3

4

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/JP00/09135

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> H01L21/66, G01N21/956, G01N1/26, C30B33/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> H01L21/66, G01N21/956, G01N1/26, C30B33/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001  
 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP, 11-237225, A (Hitachi, Ltd.), 31 August, 1999 (31.08.99), Column 9, line 46 to Column 10, line 30 (Family: none)	1-5
A	EP, 796933, A (Shin Etsu Handotai Co., Ltd.), 24 September, 1997 (24.09.97), Full text & JP, 9-260449, A	1-5
A	JP, 11-100299, A (Mitsubishi Materials Silicon Corp.), 13 April, 1999 (13.04.99), Column 1, line 36 to Column 2, line 16 (Family: none)	1-5
PA	JP, 2000-228364, A (Hitachi, Ltd.), 15 August, 2000 (15.08.00), Claims 1 to 3; Column 4, line 28 to Column 5, line 12 (Family: none)	1-5

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.
 ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search  
03 April, 2001 (03.04.01)Date of mailing of the international search report  
10 April, 2001 (10.04.01)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.



## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> H01L21/66, G01N21/956, G01N1/26, C30B33/00

## B. 調査を行った分野

## 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> H01L21/66, G01N21/956, G01N1/26, C30B33/00

## 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2001年

日本国登録実用新案公報 1994-2001年

日本国実用新案登録公報 1996-2001年

## 国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 11-237225, A (株式会社日立製作所), 31. 8月. 1999 (31. 08. 99), 第9欄, 第46行-第10欄30行 (ファミリーなし)	1-5
A	EP, 796933, A (信越半導体株式会社), 24. 9月. 1997 (24. 09. 97), 全文& JP, 9-260449, A	1-5
A	JP, 11-100299, A (三菱マテリアルシリコン株式会社), 13. 4月. 1999 (13. 04. 99), 第1欄, 第36行-第2欄, 第16行 (ファミリーなし)	1-5

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

03. 04. 01

国際調査報告の発送日

10.04.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

藤原 敬 士

印

4R

8406

電話番号 03-3581-1101 内線 6365

C (続き). 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
PA	JP, 2000-228364, A (株式会社日立製作所), 1 5. 8月. 2000 (15. 08. 00), 請求項1-3, 第4 欄, 第28行-第5欄, 第12行 (ファミリーなし)	1-5